



09/340676

日本国特許庁
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて
る事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed
in this Office.

出願年月日
Date of Application:

1999年 3月31日

出願番号
Application Number:

平成11年特許願第094391号

出願人
Applicant (s):

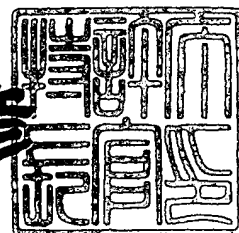
ホーヤ株式会社

CERTIFIED COPY OF
PRIORITY DOCUMENT

2000年 5月12日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

近藤隆彦



【書類名】 特許願

【整理番号】 P99HYE006

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 G11B 5/66
H01F 10/16

【発明者】

【住所又は居所】 東京都新宿区中落合 2 丁目 7 番 5 号 ホーヤ株式会社内

【氏名】 富安 弘

【発明者】

【住所又は居所】 シンガポール共和国 6 3 8 5 5 2 リンク 2 ツアス
3 ホーヤ マグネティクス シンガポール プライ
ベート リミテッド内

【氏名】 渡邊 強

【発明者】

【住所又は居所】 シンガポール共和国 6 3 8 5 5 2 リンク 2 ツアス
3 ホーヤ マグネティクス シンガポール プライ
ベート リミテッド内

【氏名】 横田 智

【発明者】

【住所又は居所】 東京都新宿区中落合 2 丁目 7 番 5 号 ホーヤ株式会社内

【氏名】 梅澤 禎一郎

【特許出願人】

【識別番号】 000113263

【住所又は居所】 東京都新宿区中落合 2 丁目 7 番 5 号

【氏名又は名称】 ホーヤ株式会社

【代表者】 山中 衛

【代理人】

【識別番号】 100103676

【弁理士】

【氏名又は名称】 藤村 康夫

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 056018

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9500007

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 磁気記録媒体

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 基板上に、少なくとも下地層と、磁性層と、がこの順序で形成されてなる磁気記録媒体において、

前記下地層は、少なくとも磁性層の結晶粒を微細化させるシード層を有するものであって、該シード層は、少なくとも 2 層以上からなる非磁性膜を有し、これらの非磁性膜間に前記非磁性膜と異なる材料からなる中間層を介在させてなることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項 2】 前記シード層と前記磁性層との間に、磁性層の結晶配向を調節する下地膜が形成されていることを特徴とする請求項 1 記載の磁気記録媒体。

【請求項 3】 前記各非磁性膜の膜厚が、100～550 Åであることを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の磁気記録媒体。

【請求項 4】 前記中間層の膜厚が、5～50 Åであることを特徴とする請求項 1 乃至 3 の何れか一に記載の磁気記録媒体。

【請求項 5】 前記中間層は前記非磁性膜と同じ結晶構造を有する非磁性材料からなることを特徴とする請求項 1 乃至 4 の何れか一に記載の磁気記録媒体。

【請求項 6】 前記中間層は前記非磁性膜の結晶格子面間隔と合致しない材料からなることを特徴とする請求項 5 に記載の磁気記録媒体。

【請求項 7】 前記非磁性膜は、NiAl, AlCo, FeAl, FeTi, CoFe, CoTi, CoHf, CoZr, NiTi, CuZn, AlMn, AlRe, AgMg, CuSi, NiGa, CuBe, MnV, NiZn, FeV, CrTi, CrNi, NiAlRu, NiAlW, NiAlTa, NiAlHf, NiAlMo, NiAlCr, NiAlZr, NiAlNb, Al₂FeMn₂の群から選ばれる 1 つの合金を含む材料からなり、前記中間層はCrを含む材料からなることを特徴とする請求項 6 記載の磁気記録媒体。

【請求項 8】 前記中間層はCrと、Mo、V、W、Taの群から選ばれる少なくとも 1 種と、からなる材料であることを特徴とする請求項 7 記載の磁気記録媒体。

【請求項 9】 前記中間層は主として Cr と W を含む合金であることを特徴とする請求項 8 記載の磁気記録媒体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、コンピュータの外部記憶装置に搭載されるハードディスク等の磁気記録媒体に関し、特に、基板と下地膜との間にシード層を設けた高保磁力且つ低ノイズの磁気記録媒体に関する。

【0002】

【従来の技術】

この種の磁気記録媒体としては、例えば特開平 9 - 2 5 9 4 1 8 号公報に記載されているような磁気記録媒体が提案されている。この磁気記録媒体は、基板上に少なくとも $Al_{1-x}Co_x$ 等からなるシード層、Cr 又は Cr 合金下地膜、Co 合金磁性層をこの順に積層してなるもので、高保磁力且つ低ノイズを達成するものである。

この磁気記録媒体における高保磁力化は、シード層が、下地膜である Cr 又は Cr 合金の体心立方晶 (bcc) における (110) 面の結晶配向性を高め、その上にエピタキシャル成長する Co 磁性層の磁化容易軸 (c 軸) が面内と平行となる (100) 面の結晶配向性が向上して達成される。

また、この磁気記録媒体はシード層を設けたことにより下地膜の膜厚を薄くすることができるので、下地膜の薄膜化により、その上の Co 磁性粒子が微細化し、記録ビット間の磁化遷移領域 (磁壁幅) を小さくできるため、ノイズを低減することができるものである。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、高保磁力を得るためにシード層の膜厚を大きくしていくと、それに連れてシード層を形成する結晶粒径及び粒径分布が大きくなるので、その上に形成される下地膜、磁性層の結晶粒径及び粒径分布も結晶成長とともに大きくなりノイズ低減が図れないといった問題がある。

また、ノイズの低減のために、磁性層の結晶粒径を非常に微細化すると、磁化が熱的に不安定となり、記録された信号が時間とともに減衰し、しまいには記録された信号が消滅してしまう現象、即ち熱揺らぎと呼ばれる現象が起こるという問題がある。ノイズと熱揺らぎはトレードオフの関係にあり、磁性層の結晶粒径を微細化していくと、ノイズは低減するが、熱揺らぎによる信号減衰は大きくなり、記録された信号が時間とともに減衰又は消滅し易くなる。熱揺らぎが起こると、信号減衰（再生出力の低下）の他に、媒体ノイズの増加や、PW50（孤立再生信号の半値幅）の値が劣化する。

後述するように、高密度記録に望ましい媒体の微細構造としては、磁性層の結晶粒子を微細化するとともに、粒子サイズの分散（粒径分布）を小さくし、熱揺らぎの影響を受けやすい過度に微細な粒子の生成を抑えることが重要になってきている。

【0004】

本発明は上述した背景の下になされたものであり、高保磁力、低ノイズを達成するとともに、熱揺らぎの影響を受けにくい磁気記録媒体を提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】

本発明は、以下の構成を有する。

【0006】

（構成1）基板上に、少なくとも下地層と、磁性層と、がこの順序で形成される磁気記録媒体において、前記下地層は、少なくとも磁性層の結晶粒を微細化させるシード層を有するものであって、該シード層は、少なくとも2層以上からなる非磁性膜を有し、これらの非磁性膜間に前記非磁性膜と異なる材料からなる中間層を介在させてなることを特徴とする磁気記録媒体。

【0007】

（構成2）前記シード層と前記磁性層との間に、磁性層の結晶配向を調節する下地膜が形成されていることを特徴とする構成1記載の磁気記録媒体。

【0008】

(構成 3) 前記各非磁性膜の膜厚が、100～550 Åであることを特徴とする構成 1 又は 2 記載の磁気記録媒体。

【0009】

(構成 4) 前記中間層の膜厚が、は5～50 Åであることを特徴とする構成 1 乃至 3 の何れかーに記載の磁気記録媒体。

【0010】

(構成 5) 前記中間層は前記非磁性膜と同じ結晶構造を有する非磁性材料からなることを特徴とする構成 1 乃至 4 の何れかーに記載の磁気記録媒体。

【0011】

(構成 6) 前記中間層は前記非磁性膜の結晶格子面間隔と合致しない材料からなることを特徴とする構成 5 に記載の磁気記録媒体。

【0012】

(構成 7) 前記非磁性膜は、NiAl, AlCo, FeAl, FeTi, CoFe, CoTi, CoHf, CoZr, NiTi, CuZn, AlMn, AlRe, AgMg, CuSi, NiGa, CuBe, MnV, NiZn, FeV, CrTi, CrNi, NiAlRu, NiAlW, NiAlTa, MiAlHf, NiAlMo, NiAlCr, NiAlZr, NiAlNb, Al₂FeMn₂の群から選ばれる 1 つの合金を含む材料からなり、前記中間層はCrを含む材料からなることを特徴とする構成 6 記載の磁気記録媒体。

【0013】

(構成 8) 前記中間層はCrと、Mo、V、W、Taの群から選ばれる少なくとも 1 種と、からなる材料であることを特徴とする構成 7 記載の磁気記録媒体。

【0014】

(構成 9) 前記中間層は主としてCrとWを含む合金であることを特徴とする構成 8 記載の磁気記録媒体。

【0015】

【作用】

上記構成 1 によれば、下地層は、少なくとも磁性層の結晶粒を微細化させるシード層を有するものであって、該シード層は、少なくとも 2 層以上からなる非磁

性膜を有し、これらの非磁性膜間に前記非磁性膜と異なる材料からなる中間層を介在させているので、非磁性膜が結晶粒径の小さい初期成長膜となり、その上に形成される下地膜及び／又は磁性層の結晶粒径が小さくなるので、磁化遷移領域（磁壁幅）を小さく且つ均一にすることができ、ノイズが低減する。また、保磁力については、シード層を構成する合金膜の膜厚の合計を、シード層を合金膜の単層で構成した場合と同じ膜厚にすることによって高保磁力が維持される。さらに、非磁性膜間に中間層を介在させることによって、シード層上に形成される非磁性膜の粒径分布が小さくなり、下地膜及び磁性層を形成する場合においては下地膜及び磁性層、また下地膜を形しない場合においては磁性層、の粒径分布も小さくなるので、熱揺らぎの影響を受けやすい過度に微細な粒子の生成を抑えることができ、したがって、熱揺らぎの影響を回避できる。詳しくは、図 1 に示すように、特開平 9 - 2 5 9 4 1 8 号公報に記載の従来の磁気記録媒体（曲線 B）では、熱揺らぎの影響を受けやすい過度に微細な粒子（B1の部分）が含まれている。これに対し、本発明の場合（曲線 A）は、熱揺らぎの影響を受けやすい過度に微細な粒子が減少している（B1→A1）ので、熱揺らぎの影響を受けにくくなっている。また、本発明の場合（曲線 A）は、粒径分布が狭くなり、平均粒径が小さくなり（B3→A3）、粒径の大きな粒子が減少している（B2→A2）ので、S/N比、PW50（孤立再生信号の半値幅）が良くなっている。

【0016】

なお、シード層を構成する非磁性膜は、2層以上からなる。非磁性膜の数は、再生出力、重ね書き特性等を考慮して2層以上の3層、4層、5層等とすることができる。但し、実用的な観点からは通常は最大3層程度が好ましい。また、本発明のシード層は、2層以上ある非磁性膜の間の少なくとも一つに中間層を介在させる。この中間層は、非磁性膜の結晶成長を一時的に遮断する機能を有する。非磁性膜が3層以上ある場合、各非磁性膜の間に、それぞれ中間層を設けることが好ましい。その場合、非磁性膜の層数を n とすると $n-1$ 層の中間層を設けることになる。しかし、非磁性膜が3層以上ある場合、場合によっては全ての非磁性膜の間に中間層を設けず、非磁性膜の間の少なくとも一つに中間層を設けることもできる。

シード層の膜構成としては、後述の実施例で示す非磁性膜－中間層－非磁性膜のほかに、例えば、非磁性膜－中間層－非磁性膜－中間層－非磁性膜や、非磁性膜－中間層－非磁性膜－非磁性膜－中間層－非磁性膜という具合に非磁性膜の膜数を更に増やしても良い。また、2以上の非磁性膜における、各非磁性膜を構成する材料及び膜厚は同一でも異なっても良い。同様に2以上の中間層における、各中間層を構成する材料及び膜厚は同一でも異なっても良い。

また、非磁性膜の中間層は、中間層の下の非磁性膜の結晶成長を遮断し、その中間層の上に形成される非磁性膜（下地層、磁性層）が過度に微細な粒子の生成が抑えられ、平均結晶粒径が小さく、また、粒径分布も小さく（狭く）する役割がある。

【0017】

本発明では、上記構成2のように、磁性層の結晶配向を調節する目的で、下地膜を、シード層と磁性層との間に形成してもよい。

ここで、下地膜は、高保磁力が得られるような材料とすることが好ましい。下地膜は、1層又は2層以上から構成することができる。下地膜としては、例えば、CrMo合金、CrV合金、CrW合金等を使用することができる。このようにCr合金とすることで、磁性層がCo合金の場合、下地膜との格子面間隔のマッチングが良好になるので、磁性層の磁化容易軸が面内方向に向きやすくなる。その結果、保磁力及び電磁変換特性が良好になる。また、下地膜がCrの場合に比べて同じ保磁力であるならばCr合金の膜厚を薄くすることができるので、Cr合金の膜厚の増加による過度の粒子サイズの増加を抑えることができるので、S/N比が改善される。

【0018】

本発明では、必要に応じて前記下地膜と磁性層との間、好ましくは磁性層と接する位置に中間膜を形成することもできる。この中間膜は、磁性層のC軸の配向を良好にする目的で設けられる。この中間膜は非磁性材料であって、その結晶系は、磁性層の結晶系に合わせることが望ましく、例えば、磁性層がCoPt系の場合、六方最密充填結晶構造を持つHCP結晶構造であるので、中間膜はHCP結晶構造をもつ、CoCr、CoCrNb、CoCrPt、CoCrPtTa合

金等が好ましい。

【0019】

本発明では、上記構成3のように、前記非磁性膜の結晶粒径の微細化及び均一化と、保磁力の点から、シード層を構成する各非磁性膜の膜厚は、150～550 Å、合計膜厚で300～1100 Åにすることが望ましい。

各々の非磁性膜の膜厚が100 Å未満の場合、保磁力の低下が大きいので好ましくなく、550 Åを超える場合、非磁性膜の結晶粒径及び粒子径分布が大きくなり、それに伴い下地膜及び／又は磁性層の結晶粒径が大きくなるのでノイズが高くなるので好ましくない。なお、シード層を構成する非磁性膜の合計膜厚は、得ようとする保磁力によって適宜調整することができる。

【0020】

本発明では、上記構成4のように、ノイズ低減の点から、前記中間層の膜厚は、5～50 Åとすることが好ましい。即ち、中間層の膜厚が5 Å未満の場合、シード層を構成する非磁性膜の結晶成長を遮断する役割が果たさなくなり、下層の非磁性膜の結晶成長をそのまま反映した形で、上層の非磁性膜が形成されるので、結晶粒径及び粒子径分布が大きくなり、ノイズが大きくなるとともに、熱揺らぎによる影響が出やすくなる。また、50 Åを超える場合は、中間層の結晶粒径が大きくなるので、上層の非磁性膜の結晶粒径及び粒子径分布が大きくなり、ノイズが大きくなるので好ましくない。

【0021】

本発明では、上記構成5のように、前記中間層は、非磁性膜と同じ結晶構造を有する非磁性材料からなることが、磁性層の結晶成長を良好にするためには好ましい。

【0022】

本発明では、上記構成6のように、前記中間層は、非磁性膜の結晶格子面間隔と合致しない材料からなることが、上層の非磁性膜の結晶粒径を微細化するためには好ましい。具体的には、中間層と非磁性膜の結晶格子面間隔の差は、0.001～0.011 nm程度が好ましい。

【0023】

本発明では、上記構成7のように、前記非磁性膜は、一般にシード層の役割（磁性層の結晶粒径を均一にし、微細化させる）を果たすものであれば良く、例えば、NiAl, AlCo, FeAl, FeTi, CoFe, CoTi, CoHf, CoZr, NiTi, CuZn, AlMn, AlRe, AgMg, CuSi, NiGa, CuBe, MnV, NiZn, FeV, CrTi, CrNi, NiAlRu, NiAlW, NiAlTa, NiAlHf, NiAlMo, NiAlCr, NiAlZr, NiAlNb, Al_2FeMn_2 の群から選ばれる1つの合金などが好ましく、また、前記中間層としては、Crを含む材料からなるものが多い。なかでも結晶粒径が均一で且つ微細化になってノイズの低減効果が高い、NiAl、CrTi、NiAlRuが好ましい。

【0024】

本発明では、構成8のように、前記中間層はCrと、Mo、V、W、Taの群から選ばれる少なくとも1種と、からなるCr合金であることが好ましい。これは、上記のようなCr合金の場合、上下のシード層のマッチングを損なうことなく、粒径の成長及び分布のみを抑制することができるため、磁気特性のばらつきが少ないので好ましい。このCr合金におけるMo、V、W、Taから選ばれる少なくとも1種の含有量は、5～30at%が好ましい。

【0025】

本発明では、構成9のように、前記中間層は、主としてCrとWを含む合金であることが特に好ましい。これは、前記中間層としてCrW合金を用いると、磁気特性のばらつきが少なく生産性が安定しているからである。このCrW合金を用いる場合、Wの含有量は、5～30at%が好ましい。5at%未満の場合、シード層の粒成長を抑制し、且つ粒径分布を均一化する効果はなくなり、30at%を超える場合、上層のシード層とのマッチングが悪くなり、PW特性、S/N比、保磁力を悪化させるので好ましくない。なお、例えば、Nbといったほかの元素を2at%程度以下含有させても構わない。

【0026】

なお、上述した本発明の磁気記録媒体において、基板の材質等には、特に制限はない。例えば、ガラス基板、結晶化ガラス基板、アルミニウム合金基板、セラ

ミックス基板、カーボン基板、シリコン基板等を使用することができる。

【0027】

本発明の磁気記録媒体において、磁性層は特に制限されない。

磁性層としては、例えば、Coを主成分とするCoPt、CoCr、CoNi、CoNiCr、CoCrTa、CoPtCr、CoNiPtやCoNiCrPt、CoNiCrTa、CoCrPtTa、CoCrPtB、CoCrPtTa Nbなどの磁性膜などが挙げられる。磁性層は、磁性膜を非磁性膜（例えば、Cr、CrMo、CrV、CrMnCなど）で分割してノイズの低減を図った多層構成（例えば、CoCrPtTa/CrMo/CoCrPtTaなど）としても良い。磁気抵抗型ヘッド（MRヘッド）又は巨大（大型）磁気抵抗型ヘッド（GMRヘッド）対応の磁性層としては、Co系合金に、Y、Si、希土類元素、Hf、Ge、Sn、Znから選択される不純物元素、またはこれらの不純物元素の酸化物を含有させたものなども含まれる。また磁性層としては、上記のほか、フェライト系、鉄-希土類系や、SiO₂やBNなどからなる非磁性膜中にFe、Co、FeCo、CoNiPt等の磁性粒子が分散された構造のグラニューラなどであっても良い。また、磁性層は、面内型、垂直型の何れの記録形式であっても良い。

【0028】

磁性層上には、必要に応じて、保護層、潤滑層を形成することができる。

保護層は、磁性層を磁気ヘッドの接触摺動による破壊から防護する目的で形成する。保護層は、1層又は2層以上から構成することができる。保護層としては、例えば、クロム膜、酸化ケイ素膜、カーボン膜、水素化カーボン膜、窒化カーボン膜、水素窒素化カーボン膜、ジルコニア膜、窒化珪素膜、炭化珪素膜等を挙げることができる。なお、保護層は、スパッタリング法等などの公知の成膜方法で形成することができる。

潤滑層は、磁気ヘッドとの接触摺動による抵抗を低減する目的で設けられ、例えば、液体潤滑剤であるパーフルオロポリエーテル等が一般的に用いられる。

【0029】

【実施例】

以下、本発明の磁気記録媒体について実施例によりさらに説明する。

実施例 1

本実施例の磁気記録媒体は、図 2 に示す通り、ガラス基板 1 上にシード層 2、下地膜 3、中間層 4、磁性層 5、保護層 6、潤滑層 7 を順次積層してなる磁気ディスクである。

前記ガラス基板 1 は、化学強化されたアルミノシリケートガラスからなり、その表面粗さは $R_{max} = 3.2 \text{ nm}$ 、 $R_a = 0.3 \text{ nm}$ で鏡面研磨されている。

前記シード層 2 は、2 層の合金膜 21 と合金膜 23 と、これらの合金膜の間にあって合金膜 21 の結晶成長を遮断する中間層 22 とからなり、それぞれ、合金膜 21 は、NiAl 薄膜（膜厚 300 \AA ）、中間層 22 は、CrW 薄膜（膜厚 30 \AA ）、合金膜 23 は、NiAl 薄膜（膜厚 300 \AA ）である。なお、合金膜 21 及び 23 を構成する NiAl 薄膜は、Ni : 50 at %、Al : 50 at % の組成比で構成され、中間層 22 を構成する CrW 薄膜は、Cr : 90 at %、W : 10 at % の組成比で構成されている。

前記下地層膜は、CrMo 薄膜（膜厚： 100 \AA ）で、磁性層の結晶構造を良好にするために設けられている。この CrMo 薄膜は、Cr : 90 at %、Mo : 10 at % の組成比で構成されている。

また、前記中間層 4 は、CoCr 薄膜（膜厚： 30 \AA ）で、磁性層の C 軸の配向を良好にするために設けられている。なお、この CoCr 薄膜は、Co : 65 at %、Cr : 35 at % で HCP 結晶構造の非磁性膜である。

前記磁性層 5 は、CoCrPtTa 合金薄膜（膜厚： 240 \AA ）で、これら Co, Cr, Pt, Ta の含有量は、Co : 72.5 at %、Cr : 16 at %、Pt : 8 at %、Ta : 3.5 at % である。

前記保護層 6 は、磁性層が磁気ヘッドとの接触によって劣化することを防止するためのものであり、膜厚 100 \AA の水素化カーボン膜からなる。

潤滑層 7 は、パーフルオロポリエーテルの液体潤滑剤からなり、この膜によって磁気ヘッドとの接触を緩和している。なお、膜厚は 8 \AA である。

【0030】

次に、上述の構成からなる磁気ディスクの製造方法について説明する。

まず、イオン交換によって化学強化したガラス基板 1 の主表面を精密研磨によって鏡面 ($R_{max}=3.2\text{ nm}$ 、 $R_a=0.3\text{ nm}$) にする。次に、このガラス基板 1 の主表面上にインライン方式のスパッタリングによって、シード層 2、下地膜 3、中間層 4、磁性層 5、保護層 6 を順次成膜した。次いで、保護層 6 上にパーフルオロポリエーテルからなる液体潤滑剤をディップ処理することによって潤滑層 7

を形成し磁気ディスクを得た。

【0031】

この得られた磁気ディスクの保磁力、 S/N 比、 $PW50$ (孤立再生信号の半値幅) を測定した結果、保磁力は 2800 Oe と良好で、且つ、 S/N 比は 29.43 dB 、 $PW50$ も 18.78 nsec と良好であった。また、出力信号減衰は 100 Kfci 、 60°C で -0.05 dB/decade 、熱揺らぎ特性を示す $K_u \cdot v/kT$ も 110 で良好であった。ここで、熱揺らぎ耐性の点では保持力の値は大きい程良い。 S/N 比の値は大きい程ノイズが小さいので好ましく、例えば、 0.5 dB 程度違うと記録密度で約 0.6 Gb/inch^2 の差があるといわれている。 $PW50$ (孤立再生信号の半値幅) 値は小さい程好ましく、 0.6 nsec 程度違うと記録密度で約 0.8 Gb/inch^2 の差があるといわれている。出力信号減衰は小さい程好ましい。 $K_u \cdot v/kT$ の値は、大きい程熱揺らぎ耐性が向上するので好ましい。具体的には $K_u \cdot v/kT$ の値は 90 以上が良い。

【0032】

なお、上記保磁力、 S/N 比、 $PW50$ 、出力信号減衰特性、熱揺らぎ特性 ($K_u \cdot v/kT$) は以下の測定方法により測定した。

【0033】

保磁力の測定は、製造した磁気ディスクから $8\text{ mm}\phi$ の試料を切り出して、膜面方向に磁場を印加し、振動試料型磁力計により最大外部印加磁場 10 kOe で測定した。

【0034】

S/N比は、記録再生出力の測定を次のようにして行い、求めた。磁気ヘッド浮上量が $0.025\mu\text{m}$ の磁気抵抗型ヘッド（以後、MRヘッドと称す）を用いて、MRヘッドと磁気ディスクの相対速度を 10m/sec として線記録密度 346kfc1 （1インチあたり 346000 ビットの線記録密度）における記録再生出力を測定した。また、キャリア周波数 67.6MHz で、測定帯域を 76.3MHz としてスペクトラムアナライザにより、信号記録再生時のノイズスペクトラムを測定した。本測定に用いたMRヘッドは、書き込み／読み取り側にそれぞれトラック幅 $1.2/0.9\mu\text{m}$ 、磁気ヘッドギャップ長は $0.27/0.15\mu\text{m}$ である。

【0035】

PW50（孤立再生信号の半値幅）の測定は次のようにして行った。PW50測定用のMRヘッドを搭載した電磁変換特性測定機（GUZIK）で孤立再生信号を抽出し、グランド（0）に対する出力信号のピーク値の50%における孤立波形の幅をPW50とした。なお、このPW50は高記録密度のためには、小さければ小さいほど良い。これは、パルス幅が狭いと同一面積上により多くのパルス（信号）を書き込めることになるからである。一方、PW50が大きいと、隣り合うパルス（信号）同士が干渉しあい、信号を読み出すときにエラーとなって現れる。この波形干渉がエラーレートを悪くする。これらから、PW50は 19.2nsec 以下にする必要がある。

【0036】

出力信号減衰特性の測定は次のようにして行った。

サーマルオフトラック（ヘッドサスペンションの熱膨張によって磁気記録媒体上のトラックに対し、磁気ヘッドがずれることにより、信号減衰が発生する現象）の影響を受けず磁気記録媒体の熱揺らぎによる信号減衰量のみを正確に評価するため、ライトトラック幅がリードトラック幅に対して2倍以上のリードライト素子を有することを特徴としているMRヘッドを用意し、得られた磁気記録媒体たる磁気ディスクと共にシステム内のヘッド／ディスク機構部にセットする。次にそのヘッド／ディスク機構部を高温環境下にさらすために温度制御可能な環境槽に投入する。環境槽内が設定した温度に安定したら、リードライト回路部より

ライト信号をMRヘッドのライト素子に送り、磁気ディスクに信号を書き込む。そして、信号を書き込んだ直後から、磁気ディスクに書き込まれた信号をMRヘッドのリード素子から読み出し、リードライト回路部にて増幅した後、信号評価部にて測定する。信号評価部では一定時間間隔でリード信号の振幅値を記録していく。信号評価部では、例えば、スペクトラムアナライザを用いて測定を行う。

本測定の条件は、環境槽の温度が60℃、磁気ディスクへ書き込んだ信号の記録密度は、100 K F l u x / i n c hである。また、本測定に用いたヘッドは、ライトトラック幅が12.0 μ m、リードトラック幅が2.4 μ m、ライトギャップ長が0.35 μ m、リードギャップ長が0.30 μ m、リードライト素子部分の浮上量が20 nmのMRヘッドである。

【0037】

また 熱揺らぎ特性の測定は次のようにして行った。

活性化体積 (v) と磁化反転最小単位の飽和磁化 (I_{sb}) の積である活性化磁気モーメント ($v I_{sb}$) はWaiting Time法により求めた H_f (熱揺らぎ場) により計算した。Waiting Time法は次の様に測定する。残留磁化曲線測定において磁場の保持時間 (Waiting Time) を順次変えて $H_r(t)$ を測定する。 $\phi 8$ mmに切出した試料をVSM (試料信号型磁力計) ヘセットし、十分に大きな正磁界を試料に印加する。次に微少な負磁界 H_1 を印加し磁界を取去る。残留する磁化 M_1 を測定する。次に、正磁界を再度印加し H_1 より大きな磁界 H_2 を印加し、磁界を取去った後の残留磁化 M_2 を測定する。同様の操作を M_i が残留磁化 M_r となるまで測定を繰返す。得られた (H_i, M_i) をプロットし、残留磁化曲線を得る。 $M=0$ における磁界 H 値を H_r (レマネンス保磁力) と定義する。

次に十分に大きな正磁界を試料に印加し、負磁界 H_1 をWaiting Time 15秒間印加したあと磁界を取去り、残留磁化 $M_1(15)$ を測定する。さらに正磁界を試料に印加し、負磁界 H_2 を15秒印加したあと磁界を取去り、残留磁化 $M_2(15)$ を測定する。この操作を $M_i(15)$ 残留磁化 M_r に等しくなるまで測定を繰返す。得られた (H_i, M_i) (15) をプロットし、Waiting Time 15秒の残留磁化曲線を得る。 $M=0$ における H 値を $H_r(15)$ と定義する。

同様の操作を保持時間 (Waiting Time) 15秒、30秒、60秒、120秒、

240秒、480秒(=8分)で繰り返し、各保持時間における磁場 $H_r(15)$ 、 $H_r(30)$ 、 $H_r(60)$ 、 $H_r(120)$ 、 $H_r(240)$ 、 $H_r(480)$ を得る。この $H_r(t)$ を時間の対数($\ln t$)に対してプロットすると、 $H_r(t)$ は直線的に減少し、この傾き $dH_r(t)/d(\ln t)$ により熱揺らぎ場 H_f を求める。こうして得られた H_f から次式により、 $vIsb$ を計算する。

$$vIsb = kT/H_f$$

ここで、 k はボルツマン定数($1.38 \times 10^{-16} \text{ erg/K}$)、 T は測定中の絶対温度(K)である。

活性化体積 v は磁性層の磁化反転の最小単位の体積とされ、これに飽和磁化(Isb)をかけた $vIsb$ は磁化反転の最小単位の磁気モーメント量である。

また、 $v \cdot Ku/kT$ の計算には、 v と Ku を測定する必要はあるが、 $Ku = (H_k \cdot Isb)/2$ の関係があり、さらに $H_{c0} = H_k/2$ と仮定して以下の式で計算する。

$$v \cdot Ku = V \cdot H_k \cdot Isb/2 = vIsb \cdot H_k/2 = vIsb \cdot H_{c0}$$

ここで H_{c0} は熱揺らぎによる H_c (保磁力)低下が起る前の H_c (保磁力)であり、 10^{-9} sec の測定時間で得られる H_c (保磁力)である。また H_k は磁化反転の最小単位が持つ異方性磁界、 $vIsb$ は活性化磁気モーメントである。

熱揺らぎによる H_c (保磁力)低下が起る前の H_c (保磁力)である H_{c0} は実質的に測定ができないので、シャーロックの式を使用して H_c と $vIsb$ から H_{c0} を計算する。シャーロックの式は、マウマゲネクスシミュレーションの結果得られた H_c の測定時間依存の近似式で以下の様に表される。

$$H_c/H_{c0} = 1 - \{ (kT/v \cdot Ku) \ln(f_0 \cdot t) \}^{0.735}$$

また上述の $H_{c0} = H_k/2$ の仮定を入れると、次式に変形される。

$$H_c/H_{c0} = 1 - \{ (kT/vIsb \cdot H_{c0}) \ln(f_0 \cdot t) \}^{0.735}$$

ここで k はボルツマン定数($1.38 \times 10^{-16} \text{ erg/K}$)、 T は測定絶対温度、 f_0 は振動因子(10^9 Hz)、 t は測定時間(600 sec)、 $vIsb$ は活性化磁気モーメント(emu)である。

上式では、 H_{c0} 以外が既知となるため、 H_{c0} を数値解析計算することにより

、 H_{c0} を求めることが可能になる。

なお、以下で示す実施例及び比較例における保磁力、 S/N 比、 $PW50$ 、出力信号減衰特性、熱揺らぎ特性は上述の測定方法に基づき測定した。

【0038】

比較例 1

実施例 1 のシード層 2 を、膜厚 600 \AA の単層の $NiAl$ 薄膜 ($Ni:50 \text{ at\%}$ 、 $Al:50 \text{ at\%}$) としたこと以外は実施例 1 と同様にして磁気ディスクを作製した。

この磁気ディスクの保磁力、 S/N 比、 $PW50$ 、出力信号減衰特性、 $Ku \cdot v/kT$ を測定したところ、保磁力は 2800 Oe 、 S/N 比は 29.63 dB 、 $PW50$ は 19.4 nsec となり、 $PW50$ の値について良好な結果が得られなかった。ここで、一般に保磁力を上げるためには、ある程度の厚さの下地層が必要になる。しかし、下地層の膜厚が厚くなることにより、磁性層の結晶粒径が大きくなり、 $PW50$ 、 S/N 比が悪くなる。実施例 1 のシード層 2 を用いると、 $PW50$ 、 S/N 比を維持したまま、所望の保磁力を得ることが可能である。

また、比較例 1 の磁気ディスクは、エラーレートも実施例 1 と比較して高い値を示した。さらに、出力信号減衰は 100 Kfci 、 60°C の測定条件下で -0.07 dB/decade 、熱揺らぎ特性を示す $Ku \cdot v/kT$ も 100 で実施例 1 に比べ熱揺らぎ耐性が劣化した。

【0039】

実施例 2 及び比較例 2

実施例 1 及び比較例 1 における磁性層 5 の膜厚を、 180 \AA 以下としたこと以外は実施例 1 及び比較例 1 と同様にして磁気ディスクを作製した。

この磁気ディスクの保磁力、 S/N 比、 $PW50$ 、出力信号減衰特性、 $Ku \cdot v/kT$ を測定したところ、以下のようになった。

【0040】

【表 1】

	保磁力 (O e)	S/N比 (d B)	P W 5 0 (nsec)	信号減衰 dB/decade	熱揺らぎ特性 $Ku \cdot v / kT$
実施例 2	2650	30.9	17.9	-0.058	98
比較例 2	2450	30.5	18.4	-0.077	80

【0041】

表 1 に示すように、磁性層の膜厚が薄くなるに従い熱揺らぎの影響が顕著になり、実施例 1 の分割シード層 2 を用いた場合（実施例 2）と、比較例 1 の単層シード層を用いた場合（比較例 2）とでは、出力信号減衰（-dB/decade）の差が大きくなる。

図 3 に示すように、磁性層の膜厚 t （ M_r は残留磁化）が厚い場合（ $M_r t = 0.5 \sim 0.6$ 付近）（実施例 1 及び比較例 1 の場合）はシード層の違いによる出力信号減衰（-dB/decade）の差は少ないが、磁性層の膜厚が薄くなるに従い（ $M_r t = 0.4 \sim 0.3$ 付近）、分割シード層を用いた場合（曲線 A）と、単層シード層を用いた場合（曲線 B）とでは、出力信号減衰（-dB/decade）の差が大きくなって、熱揺らぎの影響が顕著になる。

また、一般に磁性粒子の微細化は $Ku \cdot v / kT$ の値を小さくすることになるが、本発明では磁性粒子の粒径分布が狭く熱揺らぎの影響を受けやすい過度に微細な粒子の数が少ないので、磁性粒子を微細化しても $Ku \cdot v / kT$ の値は小さくならず、熱揺らぎ耐性が良好である。

【0042】

実施例 3

実施例 1 の磁性層 5 を、第 1 磁性層 5 1、分割層 5 2、第 2 磁性層 5 3 にし、保護層 6 を第 1 保護層 6 1、第 2 保護層 6 2 にしたこと以外は実施例 1 と同様にして磁気ディスクを作製した。

なお、第 1 磁性層 5 1 及び第 2 磁性層 5 3 は、それぞれ同じ膜材料である Co

CrPtTa合金からなり、膜厚もともに120Åである。これらの磁性層のCo, Cr, Pt, Taの各含有量は、第1磁性層は、Co:72.5at%、Cr:16at%、Pt:8at%、Ta:3.5at%で、第2磁性層は、Co:71at%、Cr:18at%、Pt:8at%、Ta:3at%である。

また、上述の第1磁性層51、第2磁性層53の間に介在する分割層52は、非磁性材料からなるCrMnC薄膜（膜厚:30Å）で、その組成比は、Cr:97.95at%、Mn:2.00at%、C:0.05at%である。

また、第1保護層61は、膜厚50ÅのCr膜からなり、磁性層に対して酸化による磁気特性の劣化を防止する化学的保護膜の役割を果たすものである。第2保護層は、膜厚100Åの水素化カーボン膜である。

【0043】

この磁気ディスクの保磁力、S/N比、PW50、出力信号減衰特性、 $K_u \cdot v / kT$ を測定したところ、保磁力は2580 Oe、S/N比は30.7dB、PW50は19.1nsecとなり良好な結果が得られた。また、出力信号減衰は100Kfci、60℃で-0.08dB/decade、熱揺らぎ特性を示す $K_u \cdot v / kT$ も90で良好であった。なお、実施例3では磁性層を分割し磁性粒子の粒径が小さくなる分、実施例1の磁気記録媒体と比較して熱揺らぎの影響を受けやすくなる。

【0044】

比較例3

実施例3のシード層を、膜厚600Åの単層のNiAl薄膜（Ni:50at%、Al:50at%）にしたこと以外は実施例3と同様にして磁気ディスクを作製した。

この磁気ディスクの保磁力、S/N比、PW50、出力信号減衰特性、 $K_u \cdot v / kT$ を測定したところ、保磁力は2580 Oe、S/N比は30.6dB、PW50は19.6nsec、出力信号減衰は-0.10dB/decade、 $K_u \cdot v / kT$ は80であった。

【0045】

実施例4～7、比較例4～5

実施例 1 のシード層 2 を構成する合金膜 2 1、2 3 の膜厚をそれぞれ 9 0 Å (比較例 4)、1 0 0 Å (実施例 4)、2 5 0 Å (実施例 5)、4 5 0 Å (実施例 6)、5 5 0 Å (実施例 7)、6 0 0 Å (比較例 5) にしたこと以外は、実施例 1 と同様にして磁気ディスクを作製した。これらの磁気ディスクの保磁力、S/N 比、PW 5 0、出力信号減衰特性、 $K_u \cdot v / kT$ は以下ようになった。

【0 0 4 6】

【表 2】

	各膜厚 (Å)	合計膜厚 (Å)	保磁力 (Oe)	S/N 比 (dB)	PW 5 0 (nsec)	信号減衰 dB/decade	熱揺らぎ特性 $K_u \cdot v / kT$
実施例 4	100	200	2536	29.3	18.7	-0.055	105
実施例 5	250	500	2800	29.44	18.77	-0.050	110
実施例 6	450	900	3567	29.45	18.2	-0.048	113
実施例 7	550	1100	3542	28.9	18.0	-0.045	115
比較例 4	90	180	2214	28.7	19.1	-0.080	85
比較例 5	600	1200	3502	28.6	17.9	-0.046	115

【0 0 4 7】

表 2 に示すように、シード層 2 を構成する合金膜 2 1、2 3 の膜厚は、1 0 0 ~ 5 5 0 Å の範囲とすることが、保磁力、S/N 比 (ノイズ)、PW 5 0 の磁気特性の点、及び出力信号減衰特性、熱揺らぎ特性 ($K_u \cdot v / kT$) の点から好ましいことがわかる。

【0 0 4 8】

実施例 8 ~ 1 0、比較例 6 ~ 7

実施例 1 における中間層 2 2 を CrMo (Mo : 1 0 a t %) とし、この中間層 2 2 の膜厚を、それぞれ 4 Å (比較例 6)、5 Å (実施例 8)、1 5 Å (実施例 9)、5 0 Å (実施例 1 0)、6 0 Å (比較例 7) にしたこと以外は、実施例 1 と同様にして磁気ディスクを作製した。

これらの磁気ディスクの保磁力、S/N 比、PW 5 0、出力信号減衰特性、 K

$u \cdot v / kT$ は以下ようになった。

【0049】

【表3】

	膜厚 (Å)	保磁力 (Oe)	S/N比 (dB)	PW50 (nsec)	信号減衰 dB/decade	熱揺らぎ特性 $Ku \cdot v / kT$
実施例8	5	2750	29.23	19.08	-0.055	105
実施例9	15	2800	29.43	18.78	-0.050	110
実施例10	50	2850	29.2	18.6	-0.045	115
比較例6	4	2700	28.8	19.38	-0.060	100
比較例7	60	2880	28.8	18.6	-0.045	118

【0050】

表3に示すように、中間層22の膜厚は、5～50Åの範囲とすることが、保磁力、S/N比、PW50の点、及び出力信号減衰特性、熱揺らぎ特性 ($Ku \cdot v / kT$) の点から好ましいことがわかる。

【0051】

なお、実施例1における中間層22 (CrW (W:10at%)) の場合についても同様に実験を行ったが、5～50Åの範囲で、保磁力、S/N比、PW50が、良好な値となった。CrMo合金の場合と異なる点は、膜厚が5～50Åの範囲では、保磁力:2820 Oe、ノイズ:29.3 dB、PW50:18.6 nsecの各値が一定であったことである。これは、CrW合金が、CrMo合金等の他のCr合金と比べ、シード層との膜厚変化に対する結晶成長性が変化しにくい材料だからと考えられる。つまり、各磁気特性のばらつきが少なく生産性が安定している。

【0052】

実施例11～16

実施例のシード層2を構成する合金膜21、23の膜材料を、NiAlRu (Ni:45at%、Al:50at%、Ru:5at%) (実施例11)、Cr

Ti (Cr: 80 at%, Ti: 20 at%) (実施例 12)、CrNi (Cr: 60 at%, Ni: 40 at%) (実施例 13)、FeAl (Fe: 50 at%, Al: 50 at%) (実施例 14)、NiAlW (Ni: 50 at%, Al: 45 at%, W: 5 at%) (実施例 15)、NiAlNb (Ni: 50 at%, Al: 45 at%, Nb: 5 at%) (実施例 16) にした以外は実施例 1 と同様にして磁気ディスクを作製した。

これらの磁気ディスクの保磁力、S/N比、PW50、出力信号減衰特性、 $K_u \cdot v / kT$ は以下になった。

【0053】

【表 4】

	膜材料 (Å)	保磁力 (Oe)	S/N比 (dB)	PW50 (nsec)	信号減衰 dB/decade	熱揺らぎ特性 $K_u \cdot v / kT$
実施例 11	NiAlRu	2850	29.2	18.97	-0.050	110
実施例 12	CrTi	2700	29.7	18.8	-0.055	105
実施例 13	CrNi	3300	29.2	18.5	-0.050	112
実施例 14	FeAl	2600	28.8	19.0	-0.050	110
実施例 15	NiAlW	3200	29.0	19.1	-0.060	103
実施例 16	NiAlNb	3100	29.2	19.2	-0.062	100

【0054】

表 4 に示すように、合金膜 21、23 の膜材料が、NiAlRu、CrTi、CrNi である場合、保磁力、ノイズ、PW50 の磁気特性の点、及び出力信号減衰特性、熱揺らぎ特性 ($K_u \cdot v / kT$) の点から表 4 に示す材料のうちで特に好ましいことがわかる。

【0055】

実施例 17～19

実施例 1 におけるの中間層 22 の膜材料を、CrMo (Cr: 90 at%, Mo: 10 at%) (実施例 17)、CrV (Cr: 80 at%, V: 20 at%)

)(実施例18)、CrTa (Cr : 95 at %、Ta : 5 at %) (実施例19)としたこと以外は実施例1と同様にして磁気ディスクをそれぞれ100枚づつ作製した。

これらの磁気ディスクの保磁力、S/N比、PW50、出力信号減衰特性、 $Ku \cdot v / kT$ は以下ようになった。

【0056】

【表5】

	膜材料	保磁力 (Oe)	S/N比 (dB)	PW50 (nsec)	信号減衰 dB/decade	熱揺らぎ特性 $Ku \cdot v / kT$
実施例17	CrMo	2750~2850	29.1~29.5	18.4~19.2	-0.040~-0.055	100~115
実施例18	CrV	2750~2850	29.2~29.8	18.4~19.2	-0.040~-0.055	100~115
実施例19	CrTa	2700~2870	28.5~29.3	18.8~19.4	-0.040~-0.060	100~120
実施例1	CrW	2780~2850	29.2~29.4	18.4~18.8	-0.045~-0.055	105~115

【0057】

表5に示すように、中間層22の膜材料がCrWの場合、各磁気特性のばらつきが少なく生産性が安定しており、好ましいことがわかる。これは、CrWがCrMoなどのCr合金膜に比べシード層との格子のマッチングがよく、このためCrWの膜厚変化による特性の変化が少ないからである。

【0058】

【発明の効果】

以上説明したように本発明によれば、高保磁力、低ノイズを達成するとともに、熱揺らぎの影響を受けにくい磁気記録媒体が得られる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

本発明のシード層の作用を説明するための図である。

【図2】

本発明の一実施例に係る磁気ディスクを模式的に示す図である。

【図 3】

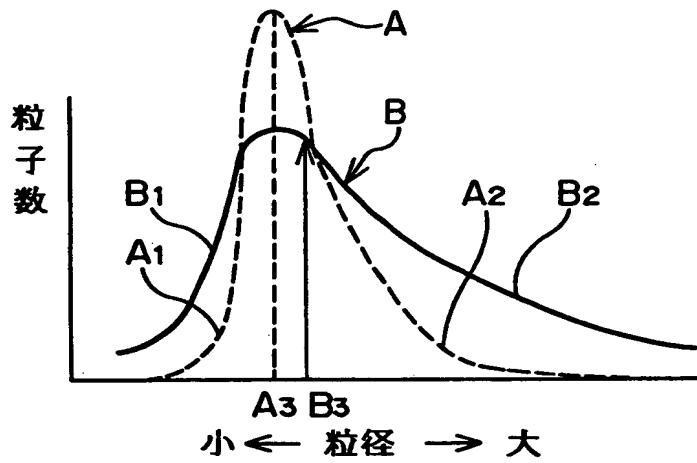
磁性層の膜厚と熱揺らぎの影響との関係を説明するための図である。

【符号の説明】

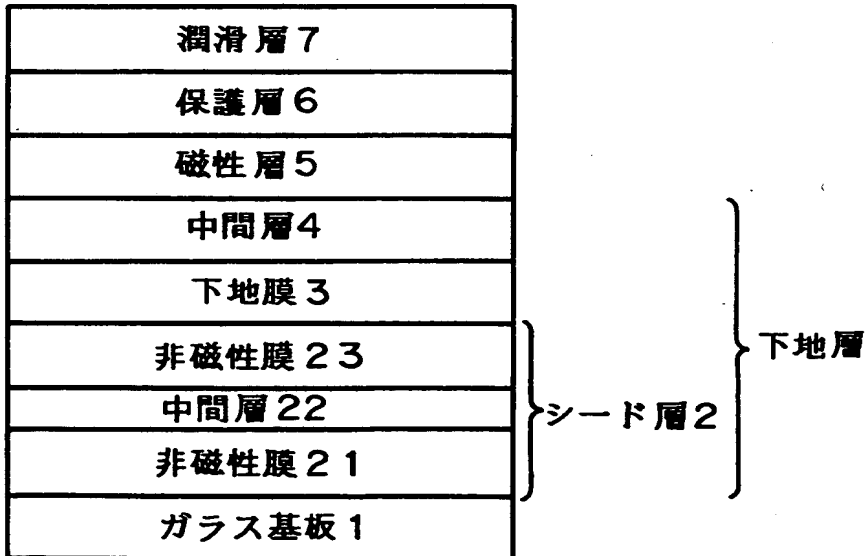
- | | |
|-----|---------|
| 1 | ガラス基板 1 |
| 2 | シード層 |
| 3 | 下地膜 |
| 4 | 中間層 |
| 5 | 磁性層 |
| 6 | 保護層 |
| 7 | 潤滑層 |
| 2 1 | 非磁性膜 |
| 2 2 | 中間層 |
| 2 3 | 非磁性膜 |

【書類名】 図面

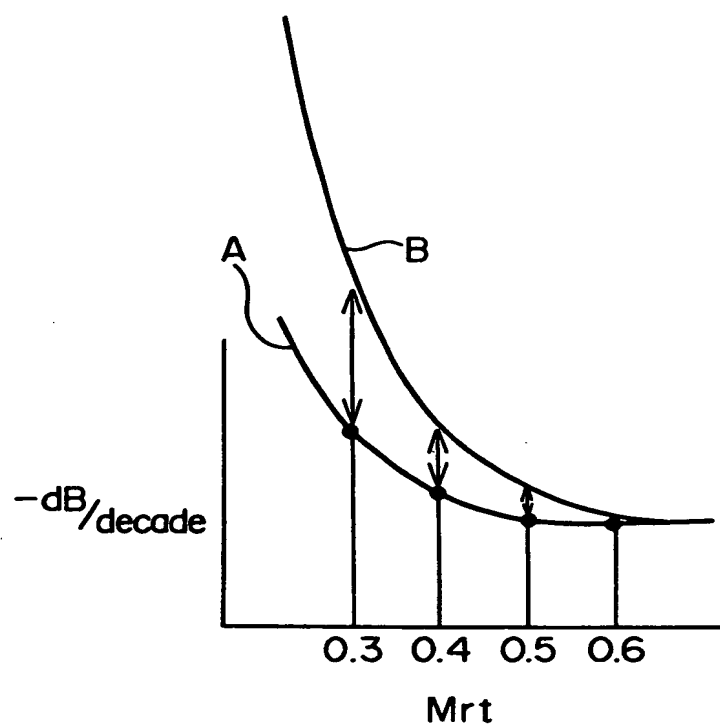
【図 1】



【図 2】



【図 3】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 高保磁力、低ノイズを達成するとともに、熱揺らぎの影響を受けにくい磁気記録媒体を提供する。

【解決手段】 基板上に、少なくとも下地層と、磁性層と、がこの順序で形成されてなる磁気記録媒体において、

前記下地層は、少なくとも磁性層の結晶粒を微細化させるシード層 2 を有するものであって、該シード層 2 は、少なくとも 2 層以上からなる非磁性膜 2 1、2 3 を有し、これらの非磁性膜 2 1、2 3 間に前記非磁性膜 2 1、2 3 と異なる材料からなる中間層 2 2 を介在させるてなる。

【選択図】 図 2

認定・付加情報

特許出願の番号	平成11年 特許願 第094391号
受付番号	59900305553
書類名	特許願
担当官	第七担当上席 0096
作成日	平成11年 4月 8日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成11年 3月31日
-------	-------------

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000113263]

1. 変更年月日 1990年 8月16日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都新宿区中落合2丁目7番5号

氏 名 ホーヤ株式会社